

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

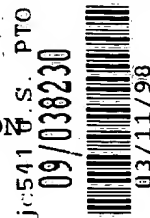
- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

SAD  
# 3  
17-16-98

PATENT APPLICATION



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of :  
TSUGUO KOYANAGI and : INORGANIC COMPOUND SOL  
HIROYASU NISHIDA : MODIFIED BY ORGANIC  
Serial No. ~~Not yet Assigned~~ : COMPOUND  
3-11-98  
Filed Concurrently Herewith :

Pittsburgh, Pennsylvania  
March 11, 1998

CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. §119

Box PATENT APPLICATION  
Assistant Commissioner for Patents  
Washington D.C. 20231

Sir:

Attached hereto is a certified copy of Japanese Patent Application No. 9-057787, which corresponds to the above-identified United States application and which was filed in the Japanese Patent Office on March 12, 1997.

The priority benefits provided by Section 119 of the Patent Act of 1952 are claimed for this application.

Respectfully submitted,  
WEBB ZIESENHEIM BRUENING LOGSDON  
ORKIN & HANSON, P.C.

By Kent E. Baldauf  
Kent E. Baldauf  
Registration No. 25,826  
Attorney for Applicants  
700 Koppers Building  
436 Seventh Avenue  
Pittsburgh, PA 15219-1818  
Telephone: (412) 471-8815  
Facsimile: (412) 471-4094

Tsujiko KOYANAGI et al.

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

J-541 U.S. PTO  
09/038230  
03/11/98

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1997年 3月12日

出 願 番 号

Application Number:

平成 9年特許願第057787号

出 願 人

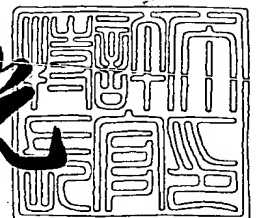
Applicant (s):

触媒化成工業株式会社

1998年 2月27日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Patent Office

荒井 寿光



出証番号 出証特平10-3010169

【書類名】 特許願

【整理番号】 97Q124P010

【提出日】 平成 9年 3月12日

【あて先】 特許庁長官殿

【発明の名称】 有機化合物修飾無機化合物ゾル

【請求項の数】 3

【発明者】

【住所又は居所】 福岡県北九州市若松区北湊町13番2号 触媒化成工業株式会社若松工場内

【氏名】 小 柳 嗣 雄

【発明者】

【住所又は居所】 福岡県北九州市若松区北湊町13番2号 触媒化成工業株式会社若松工場内

【氏名】 西 田 広 泰

【特許出願人】

【識別番号】 000190024

【氏名又は名称】 触媒化成工業株式会社

【代表者】 内 海 治

【代理人】

【識別番号】 100081994

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴 木 俊一郎

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014535

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9007150

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 有機化合物修飾無機化合物ゾル

【特許請求の範囲】

【請求項1】 分子分極率が  $2 \times 10^{-40} \text{C}^2 \text{m}^2 \text{J}^{-1}$  以上の有機化合物で表面が修飾された無機化合物微粒子が有機溶媒に分散されていることを特徴とする無機化合物ゾル。

【請求項2】 前記無機化合物微粒子が、シリカとシリカ以外の無機酸化物の1種または2種以上とからなる複合酸化物微粒子であることを特徴とする請求項1に記載の無機化合物ゾル。

【請求項3】 前記有機溶媒の比誘電率が10以上であることを特徴とする請求項1に記載の無機化合物ゾル。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の技術分野】

本発明は、塗料、ハードコート剤等に利用可能な無機化合物微粒子が有機溶媒に分散した無機化合物ゾルに関し、さらに詳しくは、無機化合物微粒子表面を特定の有機化合物で修飾することにより、有機溶媒中で優れた分散安定性を有する無機化合物ゾルに関する。

【0002】

【発明の技術的背景】

一般に、シリカ、アルミナなどの無機酸化物微粒子の有機溶媒分散液を得るには、これらの微粒子の表面を疎水性にすることが必要であり、このため、通常、微粒子の表面を改質（修飾）することが行われている。

【0003】

このような無機化合物微粒子の表面修飾法としては、反応性モノマーまたはカップリング剤などと微粒子表面のヒドロキシル基とを反応させる方法がある。このような方法として具体的には、粉末状の微粒子を有機溶媒に分散させたのちに修飾剤を添加して微粒子表面を修飾させる方法、または微粒子の水分散液の水を有機溶媒と溶媒置換したのちに修飾剤を添加して微粒子表面を修飾させる方法な

どが挙げられる。

【0004】

しかしながら、これらの方法では、微粒子の凝集を完全に抑制できず、分散性の良い有機溶媒ゾルを得ることが困難であった。

また、塗料、ハードコート剤などのフィラーとしてこのような無機化合物微粒子を用いる場合、被膜形成剤のマトリックスにこれらのゾルを配合すると、マトリックス中で微粒子が凝集しやすくなるなどの問題があった。

【0005】

【発明の目的】

本発明は、上記事情に鑑みてなされたもので、分散安定性に優れた有機化合物修飾無機化合物ゾルを提供することを目的としている。

【0006】

【発明の概要】

本発明に係る無機化合物ゾルは、分子分極率が  $2 \times 10^{-40} \text{C}^2 \text{m}^2 \text{J}^{-1}$  以上の有機化合物で表面が修飾された無機化合物微粒子が有機溶媒に分散されていることを特徴としている。

【0007】

無機化合物微粒子は、シリカとシリカ以外の無機酸化物の1種または2種以上とからなる複合酸化物微粒子であることが好ましい。

また有機溶媒の比誘電率は、10以上であることが好ましい。

【0008】

【発明の具体的説明】

以下、本発明をより具体的に説明する。

本発明に係る無機化合物ゾルは、分子分極率が  $2 \times 10^{-40} \text{C}^2 \text{m}^2 \text{J}^{-1}$  以上の有機化合物で表面が修飾された無機化合物微粒子が有機溶媒に分散されている。

【0009】

本発明でいう分子分極率とは、分子の周囲の外部電場によって、分子中の負に帯電した電子雲が正電荷の核からずれることによって生じる双極子モーメントの大きさとして定義され、次式で表される。

【0010】

$$\alpha_0 = 4 \pi \epsilon_0 R^3 \quad (\text{C}^2 \text{m}^2 \text{J}^{-1})$$

(式中、 $\alpha_0$ は分子分極率、 $\epsilon_0$ は誘電率、 $R$ は分子半径を示す。)

#### 無機化合物微粒子

本発明で用いられる無機化合物微粒子としては、シリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニアなどの無機酸化物またはこれらの複合酸化物などが挙げられるが、このうちシリカ-アルミナ、シリカ-ジルコニアなどの酸性酸化物が好ましい。特に、本発明では、シリカとシリカ以外の無機酸化物の1種または2種以上とからなる複合酸化物微粒子が好ましい。

【0011】

シリカ以外の無機酸化物としては、たとえば周期律表の1A族、2A族、2B族、3A族、3B族、4A族、4B族、5A族、5B族、6A族から選ばれる元素の酸化物を挙げることができ、具体的には、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Rb}_2\text{O}$ 、 $\text{BeO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{La}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Ce}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{SnO}_2$ 、 $\text{MoO}_3$ 、 $\text{WO}_3$ などが挙げられる。

【0012】

このようなシリカを含む複合酸化物は、たとえば本出願人が先に出願した特開平5-132309号公報および特開平7-10522号公報の記載に基づき製造される。

【0013】

具体的には、ケイ酸ナトリウムなどのアルカリ金属ケイ酸塩と、アルカリ可溶の無機化合物とをpH10以上のアルカリ水溶液中に同時に加え、反応液のpHを制御せずに反応させることによって得ることができる。

【0014】

またpH10以上のアルカリ水溶液にシリカ、アルミナなどの無機酸化物微粒子からなるシード粒子を分散させた分散液に、上記のケイ酸塩とアルカリ可溶無機化合物を添加し、粒子成長させることによって、得ることもできる。

【0015】



得られたシリカを含む複合酸化物微粒子中のシリカとシリカ以外の無機酸化物との重量比 ( $\text{SiO}_2$ /他の無機酸化物) は、0.1~500、好ましくは5~300にあることが望ましい。

【0016】

本発明で用いられる無機化合物微粒子の大きさは、ゾルとして安定に存在する大きさであれば、特に制限はない。

このような無機化合物微粒子は、無機化合物ゾル中に、1~50重量%、好ましくは5~30重量%の量で含まれていることが望ましい。

【0017】

有機化合物

本発明に係る無機化合物ゾルは、上記のような無機酸化物表面が、分子分極率が  $2 \times 10^{-40} \text{C}^2 \text{m}^2 \text{J}^{-1}$  以上、好ましくは  $5 \times 10^{-40} \text{C}^2 \text{m}^2 \text{J}^{-1}$  以上の有機化合物で修飾されている。

【0018】

このような分子分極率を有する有機化合物として、具体的には、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルメチルジメトキシシラン、ビニルメチルジエトキシシラン、ビニルフェニルジメトキシシラン等のビニルシラン系化合物、

$\gamma$ -アクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -アクリロキシプロピルフェニルジメトキシシラン、 $\gamma$ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メタクリロキシプロピルフェニルジメトキシシラン等のアクリルシラン系化合物、

$\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン等のエポキシシラン系化合物、

$\gamma$ -アミノプロピルトリエトキシシラン等のアミノシラン系化合物、

$\gamma$ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -クロロプロピルトリメトキシシランなどが挙げられる。

【0019】

また、スチレンモノマー、メタクリル酸エチル等のアクリル酸系モノマーなどの反応性モノマー、ブタノール等の直鎖アルコールを用いることもできる。

反応性モノマーは、修飾時に重合されて少なくとも一部が重合体になっていてもよい。

#### 【0020】

これらの有機化合物は、1種または2種以上を混合して使用してもよい。

このような有機化合物の分子分極率が、 $2 \times 10^{-40} \text{C}^2 \text{m}^2 \text{J}^{-1}$ より小さいと、有機的性質が少ないため、有機溶剤との親和性が小さくなるので、このような有機化合物で表面修飾された微粒子は、有機溶媒中の分散性が不充分である。特に、無機化合物ゾル中に、酸またはこれらの塩などが共存した場合、微粒子同士が凝集しやすくなる。

#### 【0021】

#### 有機溶媒

本発明に係る無機化合物ゾルで用いられる有機溶媒としては、比誘電率10以上であるものが好ましい。比誘電率が10未満の場合は、ゾル中の微粒子が不安定になりゲル化することがある。

#### 【0022】

このような有機溶媒としては、エタノール、プロパノール、ブタノール等の1価アルコール、エチレングリコール、プロピレングリコール等の多価アルコール、エチレングリコールモノエチルエーテル等のアルコールエーテル類、N-メチルホルムアミド、N,N-ジメチルホルムアミド、N-メチルアセトアミド等のアミド系溶媒、 $\gamma$ -ブチロラクトン、N-メチル-2-ピロリドン等のラクトン類などが挙げられる。これらの有機溶媒は1種または2種以上混合して使用してもよい。

#### 【0023】

また、これらの溶媒には、有機酸、無機酸またはこれらの塩が含まれていてもよい。有機酸、無機酸またはこれらの塩としては、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、過塩素酸、酢酸、およびこれらのアンモニウム塩、金属塩などが挙げられる。

#### 【0024】

#### 無機化合物ゾルの調製方法

本発明に係る無機化合物ゾルは、以下のような方法で調製することができる。

(a) 先ず、無機化合物微粒子分散液に、無機化合物微粒子を表面修飾するための

有機化合物を添加する。

【0025】

無機化合物微粒子分散液としては、水分散液であってもよく、有機溶媒分散液であってもよく、また水-有機溶媒混合溶媒分散液であってもよい。無機化合物微粒子は、このような分散液中に、0.1~50重量%、好ましくは1~20重量%の量で含まれていることが望ましい。

【0026】

表面修飾用有機化合物の添加量は、分散液中の無機化合物微粒子の外部表面積当たりの修飾量で換算で、 $0.1 \times 10^{-6} \sim 50 \times 10^{-6}$  (モル/ $\text{m}^2$ )、好ましくは $1 \times 10^{-6} \sim 30 \times 10^{-6}$  (モル/ $\text{m}^2$ ) の量であることが望ましい。この量が $0.1 \times 10^{-6}$  (モル/ $\text{m}^2$ ) 未満であると、修飾効果が不充分であり、 $50 \times 10^{-6}$  (モル/ $\text{m}^2$ ) より多くても修飾効果は変わらない。

【0027】

(b)所定量の表面修飾用有機化合物を添加後、50℃以上、好ましくは60℃以上の温度に加熱する。

これにより無機化合物表面と表面修飾用有機化合物が反応して、無機化合物の表面修飾が進行する。

【0028】

(c)得られた表面修飾無機化合物ゾル中に、水または溶媒の比誘電率が10未満の有機溶媒が含まれている場合は、比誘電率が10以上の有機溶媒に溶媒置換してもよい。

【0029】

溶媒置換は、限外ろ過装置、ロータリーエバポレーターなどを用いて行うことができる。

【0030】

【発明の効果】

本発明に係る無機化合物ゾル中の無機化合物微粒子は、特定の分子分極率を有する有機化合物でその表面が修飾されている。このため、有機溶媒との親和性がよく、有機溶媒中での分散安定性に優れ、粒子が凝集することがない。また、無

機化合物ゾル中に無機酸、有機酸またはこれらの塩などが共存しても、無機化合物微粒子が凝集することがない。

【0031】

本発明に係る無機化合物ゾルを塗料、ハードコート剤などのフィラーとして塗料中に配合した場合、得られる塗膜には粒子の凝集に基づくクラックの発生または透明性の低下などがほとんど起こることがない。このため、本発明に係る無機化合物ゾルは、各種塗料、ハードコート剤などの他、各種樹脂の充填剤として有用であり、たとえば磁気テープの充填剤、フィルムのブロッキング防止剤などの用途に好適である。

【0032】

【実施例】

以下、本発明について実施例に基づいてさらに具体的に説明するが、本発明は、これら実施例により何ら限定されるものではない。

【0033】

【実施例1】

〔表面修飾ゾルの調製〕

原料としてシリカ・アルミナ水分散ゾル ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 重量比=285.7、平均粒径12nm、固形分濃度20重量%) 500gを使用し、限外ろ過装置で水をメタノールに溶媒置換し、固形分濃度30重量%のメタノール分散ゾルを得た。

【0034】

このゾル300gとエタノール2700gを混合したのち、この混合液に $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン8.4gを添加し、1時間攪拌してシリカ・アルミナ粒子の表面が $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシランで修飾されたゾルを得た。

【0035】

次に、得られたゾルにエチレングリコール196gを添加したのち、60℃、1時間加熱した。その後、ロータリーエバポレーターにより減圧下で脱エタノールし、エチレングリコールを分散媒とする固形分濃度30重量%の表面修飾シリ

カ・アルミナゾルを得た。

〔ゾルの安定性評価〕

得られた表面修飾シリカ・アルミナゾル100重量部に、硫酸水溶液（2重量％）、塩酸水溶液（2重量％）をそれぞれ10重量部混合したときのゾルの安定性について評価した。

【0036】

結果を表1に示す。

【0037】

【実施例2】

実施例1において、原料としてシリカ・ジルコニア水分散ゾル（ $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ 重量比=3、平均粒径30nm、固形分濃度20重量％）を用いた以外は、実施例1と同様にして表面修飾シリカ・ジルコニアゾルを得た。

【0038】

得られた表面修飾シリカ・ジルコニアゾルについて、実施例1と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表1に示す。

【0039】

【実施例3】

実施例1において、原料としてシリカ・チタニア水分散ゾル（ $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ 重量比=9、平均粒径10nm、固形分濃度20重量％）を用いた以外は、実施例1と同様にして表面修飾シリカ・チタニアゾルを得た。

【0040】

得られた表面修飾シリカ・チタニアゾルについて、実施例1と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表1に示す。

【0041】

【実施例4】

実施例1において、原料としてシリカ・アルミナ水分散ゾル（ $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 重量比=285.7、平均粒径12nm、固形分濃度20重量％）25.0gと、シ

リカ・ジルコニア水分散ゾル ( $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ 重量比=3、平均粒径30nm、固形分濃度20重量%) 250gとの混合ゾルを用いた以外は、実施例1と同様にして表面修飾複合酸化物ゾルを得た。

【0042】

得られた表面修飾複合酸化物ゾルについて、実施例1と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表1に示す。

【0043】

【実施例5】

実施例1において、原料としてシリカ・酸化スズ水分散ゾル ( $\text{SiO}_2/\text{SnO}_2$ 重量比=19、平均粒径10nm、固形分濃度20重量%) を用い、分散媒としてN-メチルピロリドンを用いた以外は、実施例1と同様にして表面修飾シリカ・酸化スズゾルを得た。

【0044】

得られた表面修飾シリカ・酸化スズゾルについて、実施例1と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表1に示す。

【0045】

【実施例6】

実施例1において、原料としてシリカ・酸化インジウム水分散ゾル ( $\text{SiO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$ 重量比=5.7、平均粒径11nm、固形分濃度20重量%) を用い、分散媒として $\gamma$ -ブチロラクトンを用いた以外は、実施例1と同様にして表面修飾シリカ・酸化インジウムゾルを得た。

【0046】

得られた表面修飾シリカ・酸化インジウムゾルについて、実施例1と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表1に示す。

【0047】

【実施例7】

実施例 1 において、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン 8.4 g の代わりに、ビニルトリメトキシシラン 5.0 g を用いた以外は、実施例 1 と同様の方法で表面修飾シリカ・アルミナゾルを得た。

【0048】

得られた表面修飾シリカ・アルミナゾルについて、実施例 1 と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表 1 に示す。

【0049】

【実施例 8】

実施例 1 において、原料としてシリカ・酸化アンチモン水分散ゾル ( $\text{SiO}_2/\text{Sb}_2\text{O}_5$  重量比 = 5.7、平均粒径 15 nm、固形分濃度 20 重量%) を用いた以外は、実施例 1 と同様にして表面修飾シリカ・酸化アンチモンゾルを得た。

【0050】

得られた表面修飾シリカ・酸化アンチモンゾルについて、実施例 1 と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表 1 に示す。

【0051】

【実施例 9】

実施例 1 において、原料としてシリカ・酸化タングステン水分散ゾル ( $\text{SiO}_2/\text{WO}_3$  重量比 = 4、平均粒径 16 nm、固形分濃度 20 重量%) を用い、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン 8.4 g の代わりに、 $\gamma$ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン 9.0 g を用い、分散媒としてエチレングリコールの代わりにメチルセルソルブを用いて、実施例 1 と同様にして表面修飾シリカ・酸化タングステンゾルを得た。

【0052】

得られた表面修飾シリカ・酸化タングステンゾルについて、実施例 1 と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表 1 に示す。

【0053】

【実施例 10】

実施例 1 で得られた固形分濃度 30 重量%のメタノール分散シリカ・アルミナゾルをメタノールで固形分濃度 5 重量%に希釈し、このゾル 1000 g に、2,2'-アゾビス(2-アミノジプロパン)2 塩酸塩 8 g を添加し、さらにスチレンモノマー 30 g を混合して、85℃、5 時間攪拌してシリカ・アルミナ粒子表面がスチレンの重合物で修飾されたゾルを得た。

【0054】

次いで、上記ゾルにエチレングリコール 450 g を添加したのち、60℃、1 時間加熱した。その後ロータリーエバポレーターにより減圧下で脱アルコールし、エチレングリコールを分散媒とする固形分濃度 10 重量%の表面修飾シリカ・アルミナゾルを得た。

【0055】

得られた表面修飾シリカ・アルミナゾルについて、実施例 1 と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表 1 に示す。

【0056】

【実施例 11】

実施例 10 において、スチレンの代わりにメタクリル酸メチルを用いた以外は、実施例 10 と同様の方法で表面修飾ゾルを得た。

【0057】

得られた表面修飾シリカ・アルミナゾルについて、実施例 1 と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表 1 に示す。

【0058】

【実施例 12】

実施例 1 と同様の溶媒置換で調製されたシリカ・アルミナ複合酸化物のメタノール分散ゾル（固形分濃度 20 重量%）300 g に、n-ブタノール 340 g を添加し、減圧下で溶媒置換を行い、400 g の n-ブタノール分散シリカ・アルミナ分散ゾルを得た。このゾルをオートクレーブ中で 150℃、3 時間加熱した。



【0059】

次に、上記ゾルにエチレングリコール240gを添加したのち、60℃、1時間加熱した。その後ロータリーエバポレーターにより、減圧下で脱n-ブタノールし、エチレングリコールを分散媒とする固形分濃度20重量%のn-ブタノールで表面修飾されたシリカ・アルミナゾルを得た。

【0060】

得られた表面修飾シリカ・アルミナゾルについて、実施例1と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表1に示す。

【0061】

【比較例1】

実施例1のシリカ・アルミナ水分散ゾルを用いて、有機化合物による修飾をしない以外は、実施例1と同様な方法で、エチレングリコールを分散媒とするシリカ・アルミナゾルを得た。

【0062】

得られたシリカ・アルミナゾルについて、実施例1と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表1に示す。

【0063】

【比較例2】

実施例1において、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン8.4gの代わりに、モノメチルトリメトキシシラン4gを用いた以外は、実施例1と同様の方法でシリカ・アルミナゾルを得た。

【0064】

得られたシリカ・アルミナゾルについて、実施例1と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表1に示す。

【0065】

【比較例3】

実施例2のシリカ・ジルコニア水分散ゾル ( $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ 重量比=3、平均粒径30nm、固形分濃度20重量%)を用いて、有機化合物による表面修飾しないこと、およびN-メチルピロリドンを分散媒としたこと以外は、実施例2と同様の方法でシリカ・ジルコニアゾルを得た。

【0066】

得られたシリカ・ジルコニアゾルについて、実施例1と同様にゾルの安定性について評価した。

結果を表1に示す。

【0067】

【表1】

表1

ゾル組成	修飾有機化合物		有機溶媒		安定性	
	分子分極率	比誘電率	硫酸	塩酸		
実施例 1	SiO <sub>2</sub> ・Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	γ-グリッドキヤノロビトリ トキシラン	10.4×10 <sup>-40</sup>	エチレンジグリコール	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 2	SiO <sub>2</sub> ・ZrO <sub>2</sub>	γ-グリッドキヤノロビトリ トキシラン	10.4×10 <sup>-40</sup>	エチレンジグリコール	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 3	SiO <sub>2</sub> ・TiO <sub>2</sub>	γ-グリッドキヤノロビトリ トキシラン	10.4×10 <sup>-40</sup>	エチレンジグリコール	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 4	SiO <sub>2</sub> ・Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +SiO <sub>2</sub> ・ZrO <sub>2</sub>	γ-グリッドキヤノロビトリ トキシラン	10.4×10 <sup>-40</sup>	エチレンジグリコール	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 5	SiO <sub>2</sub> ・SnO <sub>2</sub>	γ-グリッドキヤノロビトリ トキシラン	10.4×10 <sup>-40</sup>	N-メチルピロリドン	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 6	SiO <sub>2</sub> ・In <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	γ-グリッドキヤノロビトリ トキシラン	10.4×10 <sup>-40</sup>	γ-ブチロラクトン	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 7	SiO <sub>2</sub> ・Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ピニトリメトキシラン	4.0×10 <sup>-40</sup>	エチレンジグリコール	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 8	SiO <sub>2</sub> ・Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ピニトリメトキシラン	4.0×10 <sup>-40</sup>	エチレンジグリコール	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 9	SiO <sub>2</sub> ・WO <sub>3</sub>	γ-メタクリロキシプロピル トリメトキシラン	12.7×10 <sup>-40</sup>	メチルセロソルブ	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 10	SiO <sub>2</sub> ・Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	スチレン重合体	8.5×10 <sup>-38</sup>	エチレンジグリコール	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 11	SiO <sub>2</sub> ・Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	メタクリル酸メチル重合体	4.8×10 <sup>-40</sup>	エチレンジグリコール	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
実施例 12	SiO <sub>2</sub> ・Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	n-ブタノール	7.3×10 <sup>-38</sup>	エチレンジグリコール	6ヶ月以上安定	6ヶ月以上安定
比較例 1	SiO <sub>2</sub> ・Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	エチレンジグリコール	15日で増粘	20日で増粘
比較例 2	SiO <sub>2</sub> ・Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	モノメチルトリメトキシラン	1.9×10 <sup>-40</sup>	エチレンジグリコール	30日でゲル化	40日でゲル化
比較例 3	SiO <sub>2</sub> ・ZrO <sub>2</sub>	—	—	N-メチルピロリドン	20日でゲル化	20日でゲル化

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

本発明は、分散安定性に優れた有機化合物修飾無機化合物ゾルを提供することを課題としている。

【解決手段】

分子分極率が  $2 \times 10^{-40} \text{C}^2 \text{m}^2 \text{J}^{-1}$  以上の有機化合物で表面が修飾された無機化合物微粒子が有機溶媒に分散されていることを特徴とする無機化合物ゾル。

前記無機化合物微粒子は、シリカとシリカ以外の無機酸化物の1種または2種以上とからなる複合酸化物微粒子であることが好ましく、また、前記有機溶媒の比誘電率は10以上であることが好ましい。

【選択図】 なし

【書類名】

職権訂正データ

【訂正書類】

特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】

000190024

【住所又は居所】

東京都千代田区大手町2丁目6番2号

【氏名又は名称】

触媒化成工業株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】

100081994

【住所又は居所】

東京都品川区西五反田七丁目13番6号 五反田山

崎ビル6階 鈴木国際特許事務所

【氏名又は名称】

鈴木 俊一郎

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000190024]

1. 変更年月日 1990年 8月10日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都千代田区大手町2丁目6番2号  
氏 名 触媒化成工業株式会社
2. 変更年月日 1997年 8月26日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 神奈川県川崎市幸区堀川町580番地  
氏 名 触媒化成工業株式会社